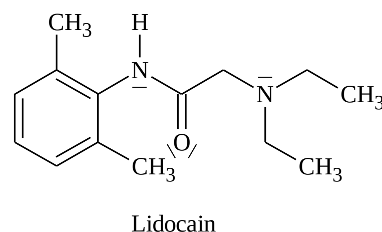
Lidocain

Dieses Modul umfasst 50% der schriftlichen Abiturprüfung.

Aufgaben

1 Das Medikament 2-Diethylamino-*N*-(2,6-dimethylphenyl)acetamid, auch als Lidocain bezeichnet, wird als örtliches Betäubungsmittel eingesetzt. Unter anderem findet es in der Zahnmedizin Anwendung.
Für die Herstellung von Lidocain benötigt man als Edukt 1-Amino-2,6-dimethylbenzen (Trivialname 2,6-Xylidin). Dieses wird zunächst aus 1,3-Dimethylbenzen gewonnen (Material 1).



Lidocain

1.1 In Stufe (1) wird eine Nitrogruppe in den aromatischen Ring eingeführt. Dies geschieht durch Umsetzung des 1,3-Dimethylbenzens mit Nitriersäure.
Benennen und entwickeln Sie den Reaktionsmechanismus.

(5 BE)

1.2 Diskutieren Sie die Häufigkeit von Nebenprodukten, bei denen die Nitrogruppe in anderen Stellungen zu finden ist.

(3 BE)

1.3 Die Umwandlung der Nitro- in eine Aminogruppe in Stufe (2) erfolgt mit elementarem Wasserstoff. Es entsteht 2,6-Xylidin.

1.3.1 Formulieren Sie die Reaktionsgleichung nach der Oxidationszahlmethode.

Hinweis: Bei der Reaktion entsteht Wasser.

(3 BE)

1.3.2 Elementarer Wasserstoff kann mittels Elektrolyse aus Wasser gewonnen werden. Für einen Polymer-Elektrolyt-Membran-Elektrolyseur liegt die notwendige Stromstärke bei $I = 113\,A$ mit einer Stromausbeute von 52,0%. Berechnen Sie die Zeit t in Minuten, die zur Herstellung von 2,00 L Wasserstoffgas H_2 unter Standardbedingungen benötigt wird.

(3 BE)

Name, Vorname: ______________________________

2 Lidocain wird in einer zweistufigen Synthese aus 2,6-Xylidin hergestellt (Material 2).

2.1 In Stufe (1) wird 2,6-Xylidin mit einem Carbonsäurechlorid umgesetzt.
Erläutern Sie den Mechanismus an diesem Beispiel und erörtern Sie den Einsatz des Säurechlorids $Cl\text{-}CH_2\text{-}COCl$ anstatt der theoretisch ebenfalls als Edukt möglichen Chlorethansäure $Cl\text{-}CH_2\text{-}COOH$ für die Reaktion in Stufe (1).

(4 BE)

2.2 In Stufe (2) erfolgt die Umsetzung zum gewünschten Produkt Lidocain.

2.2.1 Entwickeln Sie den Reaktionsmechanismus der Stufe (2).

(4 BE)

2.2.2 Skizzieren und erläutern Sie das Energiediagramm für die Reaktion in Stufe (2).

Hinweis: Es handelt sich um eine exotherme Reaktion.

(5 BE)

3 Die illegale Droge Kokain wird häufig mit preisgünstigeren Substanzen verschnitten, die die stimulierende oder lokal betäubende Wirkung des Kokains nachahmen. Ein solcher Nachahmer ist auch Lidocain, wie Kokain ebenfalls ein weißes Pulver. Da die Zusammensetzung des verschnittenen Kokains oft spezifisch für einen Drogenhändler ist, kann die Analyse von zugesetzten Stoffen in beschlagnahmtem Kokain wichtig für polizeiliche Ermittlungen sein. Für diese kriminaltechnische Untersuchung wird häufig die Gaschromatographie (GC) eingesetzt. Im Material 3 finden sich ein Gaschromatogramm von Kokain, das mit verschiedenen Nachahmern versetzt wurde, sowie Informationen zur verwendeten Apparatur und zu den Messbedingungen.

3.1 Die Gaschromatographie eignet sich sowohl für qualitative als auch für quantitative Analytik. Erläutern Sie den Unterschied und ordnen Sie jeweils eine der Größen, die sich aus einem Chromatogramm ermitteln lassen, den beiden Analysenarten (qualitativ bzw. quantitativ) zu.

(3 BE)

3.2 Die Analyse des Gemischs erfolgt mit einer Kapillarsäule. Nennen Sie einen weiteren Säulentypen und beschreiben Sie die Unterschiede im Aufbau. Begründen Sie die Wahl einer Kapillarsäule für die Trennung.

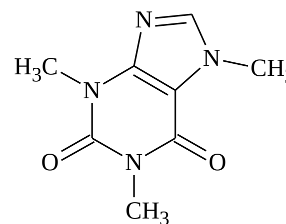
(4 BE)

3.3 Zur Charakterisierung einer chromatographischen Säule eignet sich die Trennstufenzahl (Bodenzahl). Erläutern Sie die physikalische Bedeutung der Trennstufenzahl sowie ihre Bedeutung für die chromatographische Trennung. Berechnen Sie für die Säule die Trennstufenzahl (Bodenzahl) N für Lidocain (Material 3).

Hinweis: Für den Peak von Lidocain beträgt die Basisbreite $w_b = 0{,}13\,\text{min}$.

(4 BE)

4 Kokain und einige seiner Nachahmer stehen auf der Dopingliste des Internationalen Olympischen Komitees (IOC). Auch Koffein $C_8H_{10}N_4O_2$ gehört als Stimulanz zu den verbotenen Substanzen. Eine Dopingprobe wird als positiv erachtet, wenn im Urin mehr als 12,0 mg/mL Koffein enthalten sind. Die Analyse des Urins erfolgt dabei chromatographisch. Für die externe Kalibrierung verwendet man eine Koffein-Standardlösung mit bekanntem Gehalt, die zur Herstellung der Kalibrierlösungen entsprechend verdünnt wird.



Koffein

4.1 Zum Ansetzen der Standardlösung wird reines Koffein benötigt. Das Pulver wird mittels Elementaranalyse auf Reinheit geprüft. Bei der Analyse wird die Probe zunächst mit einer Waage eingewogen und verbrannt. Die gebildeten Verbrennungsgase werden über heißes Kupfergranulat geführt, um enthaltene Stickoxide vollständig zu Stickstoff zu reduzieren. Anschließend trennt man die entstandenen Gase CO_2, H_2O und N_2 gaschromatographisch, führt sie nacheinander einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) zu und bestimmt ihre Menge.

4.1.1 Beschreiben Sie anhand der Skizze in Material 4 das Detektionsprinzip eines WLDs.

(3 BE)

4.1.2 Bestätigen Sie anhand der Messdaten in Material 5, dass das vorliegende Koffeinpulver für den Ansatz der Standardlösung verwendet werden kann.

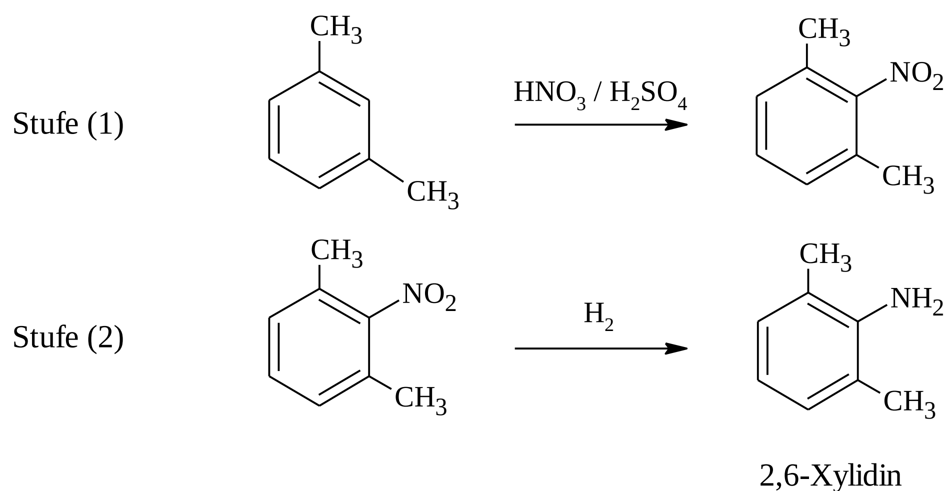
(5 BE)

4.2 Prüfen Sie anhand der Daten in Material 6 den Koffeingehalt im Urin des Probanden und beurteilen Sie, ob eine positive Testung vorliegt.

(4 BE)

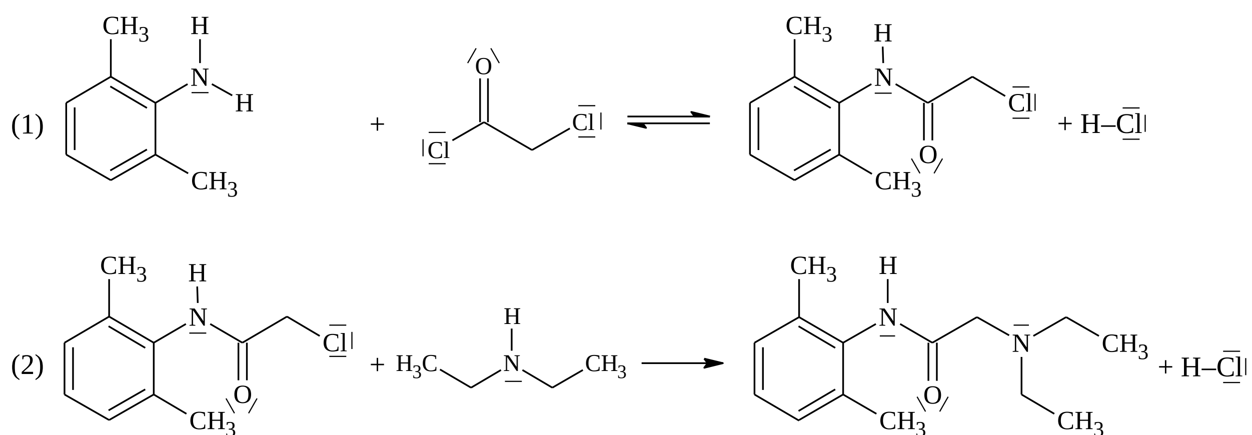
Material 1

Herstellung von 2,6-Xylidin: Stufen (1) und (2)



Material 2

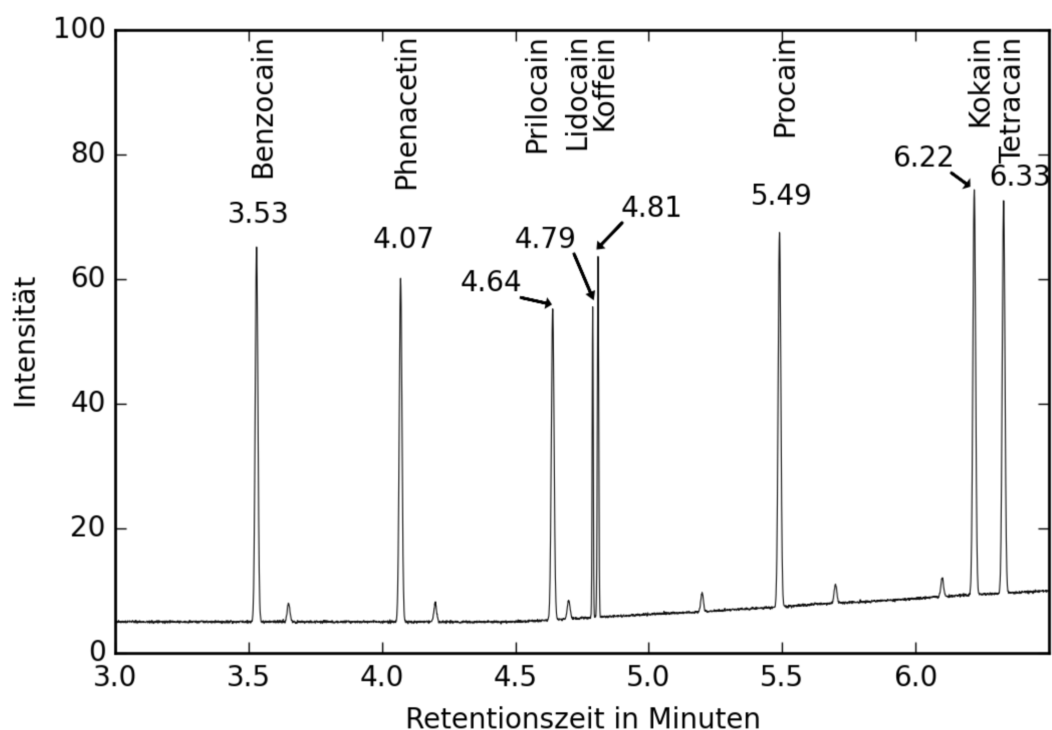
Synthese von Lidocain: Stufen (1) und (2)



Material 3

Gaschromatographische Untersuchung von Kokain und Nachahmern

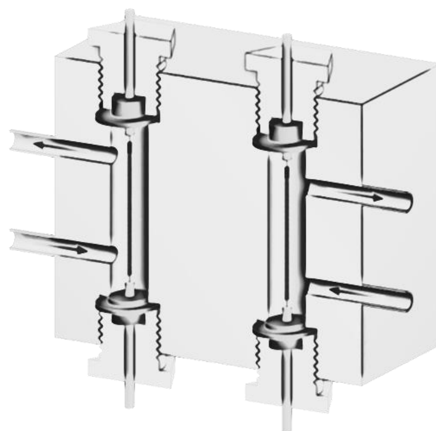
Säule	Säulenmaße		Injektor	Trägergas Strömungs-geschwindigkeit	Temperaturprogramm
	Innerer Durch-messer	Länge L			
Kapillarsäule Dünnfilmkapillare polar	0,25 mm	30 m	Split 1:10 250 °C	He 1,0 $\frac{\text{mL}}{\text{min}}$	150 °C (0 min), 150 °C bis 275 °C mit 25 °C / min, 275 °C bis 300 °C mit 15 °C / min, 300 °C (5 min)



https://www.chromtech.net.au/pdf2/pres-2005-1880-19p.pdf (abgerufen am 01.06.2018).

Material 4

Wärmeleitfähigkeitsdetektor



https://de.wikipedia.org/wiki/W%C3%A4rmeleitf%C3%A4higkeitsdetektor (abgerufen am 02.08.2021)

Material 5

Elementaranalyse zur Prüfung der Reinheit von Koffeinpulver

Einwaage Probe
Masse Pulverprobe $m(\text{Probe}) = 1{,}9419\,\text{g}$

Quantifizierung der Produkte
Masse Kohlenstoffdioxid $m(CO_2) = 3{,}5199\,\text{g}$
Masse Wasser $m(H_2O) = 0{,}9002\,\text{g}$
Masse Stickstoff $m(N_2) = 0{,}5634\,\text{g}$

Material 6

Chromatographische Analyse einer Urinprobe auf Koffein

	Massengehalt β in mg/mL	**Peakfläche A in Counts cts**
Kalibrierung		
KL1	4,00	258,0
KL2	8,00	525,0
KL3	12,0	788,0
KL4	16,0	1054
KL5	20,0	1315
Probe		
PL		842,0